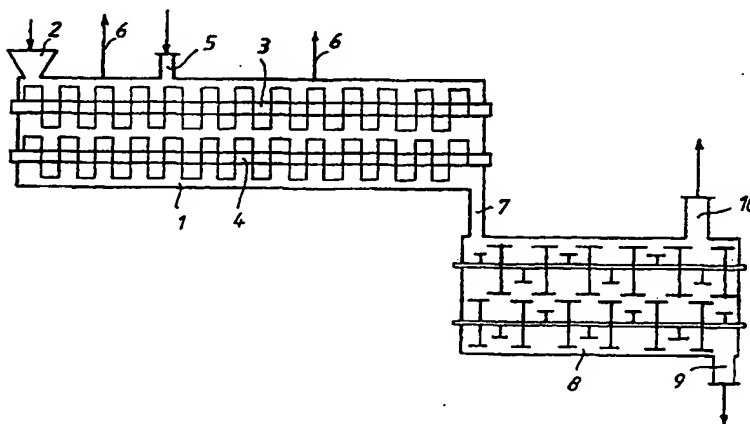


**PCT**WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM  
Internationales BüroINTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE  
INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

<b>(51) Internationale Patentklassifikation <sup>7</sup> :</b> <b>C08B 1/00</b>	<b>A1</b>	<b>(11) Internationale Veröffentlichungsnummer:</b> <b>WO 00/09563</b> <b>(43) Internationales Veröffentlichungsdatum:</b> 24. Februar 2000 (24.02.00)
<b>(21) Internationales Aktenzeichen:</b> PCT/DE99/02583 <b>(22) Internationales Anmeldedatum:</b> 13. August 1999 (13.08.99)  <b>(30) Prioritätsdaten:</b> 198 37 210.8      17. August 1998 (17.08.98)      DE  <b>(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US):</b> AL-CERU SCHWARZA GMBH [DE/DE]; Breitscheidstrasse 103, D-07407 Rudolstadt (DE).  <b>(72) Erfinder; und</b> <b>(75) Erfinder/Anmelder (nur für US):</b> BLECH, Marco [DE/DE]; Glacisweg 31, D-55252 Mainz-Kastel (DE). KAGALOWSKI, Leo [DE/DE]; Elsheimer Strasse 4, D-60322 Frankfurt/Main (DE). KIND, Uwe [DE/DE]; Kastanienring 37, D-07407 Rudolstadt (DE).  <b>(74) Anwalt:</b> FECHNER, J.; Im Broeltal 118, D-53773 Hennef (DE).		<b>(81) Bestimmungsstaaten:</b> BR, CA, CN, ID, IN, JP, KR, LK, LS, MX, NO, PL, RU, SG, TR, US, VN, ZA, europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).  <b>Veröffentlicht</b> <i>Mit internationalem Recherchenbericht. Vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche zugelassenen Frist; Veröffentlichung wird wiederholt falls Änderungen eintreffen.</i>

**(54) Title:** METHOD FOR PRODUCING A CELLULOSE SUSPENSION**(54) Bezeichnung:** VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG EINER CELLULOSESUSPENSION**(57) Abstract**

A method for continuous production of a cellulose suspension in hydrous N-methylmorpholine-N-oxide, characterized in that (a) the cellulose is conveyed through a first shear area in the presence of N-methylmorpholine-N-oxide and is homogenized; (b) the homogenized cellulose is conveyed through a second shear area after adding a sufficient amount of hydrous N-methylmorpholine-N-oxide to create a suspension that contains 70-80 wt.% N-methylmorpholine-N-oxide in a liquid phase, whereby the cellulose or suspension totally fills the available conveyor section in the shear areas.

### (57) Zusammenfassung

Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung einer Suspension von Cellulose in wasserhaltigem N-Methylmorpholin-N-oxid, dadurch gekennzeichnet, dass man (a) die Cellulose in Abwesenheit von N-Methylmorpholin-N-oxid unter Homogenisierung durch eine erste Scherzone fördert und (b) die homogenisierte Cellulose nach Zugabe von soviel wasserhaltigem N-Methylmorpholin-N-oxid, dass sich nach der Mischung eine Suspension mit einem N-Methylmorpholin-N-oxid-Gehalt in der flüssigen Phase in dem Bereich von 70 bis 80 Masse-% ergibt, durch eine zweite Scherzone fördert, wobei die Cellulose bzw. die Suspension den verfügbaren Förderquerschnitt in den Scherzonen im wesentlichen vollständig ausfüllt.

### LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
AT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
AU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidshan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische Republik Mazedonien	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland	ML	Mali	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	MN	Mongolei	TT	Trinidad und Tobago
BJ	Benin	IE	Irland	MR	Mauretanien	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MW	Malawi	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MX	Mexiko	US	Vereinigte Staaten von Amerika
CA	Kanada	IT	Italien	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CG	Kongo	KE	Kenia	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NZ	Neuseeland	ZW	Zimbabwe
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	PL	Polen		
CM	Kamerun	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CN	China	KZ	Kasachstan	RO	Rumänien		
CU	Kuba	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
CZ	Tschechische Republik	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DE	Deutschland	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
DK	Dänemark	LR	Liberia	SG	Singapur		
EE	Estland						

## Verfahren zur Herstellung einer Cellulosesuspension

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung einer Suspension von Cellulose in wasserhaltigem N-Methylmorpholin-N-oxid. Diese Suspension kann thermisch in eine Celluloselösung überführt werden, die durch Verformung und Regeneration zu cellulosischen Formkörpern, wie Fasern, Filamenten und Folien verarbeitet werden kann.

Es ist bekannt, eine Cellulosesuspension in wässrigem N-Methylmorpholin-N-oxid herzustellen, indem die zerkleinerte Cellulose direkt mit dem wässrigen N-Methylmorpholin-N-oxid (NMMO) gemischt wird. Nach WO 96/33221 wird die Cellulose in einem Ringschichtmischer mit wässrigem, z.B. 75 Masse-%igem NMMO gemischt. Die gebildete Suspension wird in einem separaten Filmtruder zur Lösung gebracht. Nachteilig bei dem Ringschichtmischer ist, daß nur eine zerkleinerte, im wesentlichen trockene Cellulose eingesetzt werden kann. Ist dagegen die Cellulose z.B. von einer Vorbehandlung her wasserhaltig, wird die Schichtbildung in dem Mischer und die Vermischung mit der getrennt zugegebenen NMMO-Lösung erschwert, zumal das Scherfeld in dem Schichtmischer begrenzt ist. Da die Suspension als Schicht transportiert wird, ist der auf den Apparatequerschnitt bezogene Durchsatz gering.

Aus WO 94/28217 ist ein diskontinuierliches Verfahren zur Herstellung einer Suspension von Cellulose in wässrigem Aminoxid bekannt. Hierbei wird zerkleinerte Cellulose und eine Aminoxidlösung in einer horizontalen Mischkammer durch einen Rotor mit radialen Rührelementen gemischt. Als Zeitdauer für eine Charge ist 21 Minuten angegeben. Diese Arbeitsweise ist nachteilig,

weil wegen der kontinuierlichen Beaufschlagung des nachfolgenden Löfers zwei solche Mischkammern betrieben werden müssen. Außerdem ist die vollständige Entleerung der Mischkammer mit Schwierigkeiten verbunden.

Der vorliegenden Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung einer Suspension von Cellulose in wasserhaltigem N-Methylmorpholin-N-oxid ohne die oben genannten Nachteile zu schaffen. Das Verfahren soll den Einsatz von wasserhaltiger Cellulose oder trockener Cellulose erlauben, wobei Schwankungen der Teilchengröße und/oder des Wassergehalts der eingesetzten Cellulose egalisiert werden sollen, so daß in der nachfolgenden Lösestufe eine Lösung von gleichbleibender Cellulosekonzentration entsteht. Weiter soll ein kontinuierliches Verfahren mit auf den Apparatequerschnitt bezogener erhöhter Erzeugung an Suspensionsvolumen geschaffen werden. Schließlich soll ein Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung einer Cellulosesuspension geschaffen werden, die unmittelbar kontinuierlich in eine Lösestufe zur Bildung einer extrudierbaren Lösung überführt werden kann. Weitere Vorteile ergeben sich aus der folgenden Beschreibung.

Diese Aufgabe wird bei dem eingangs genannten Verfahren erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß man (a) die Cellulose in Abwesenheit von N-Methylmorpholin-N-oxid unter Homogenisierung durch eine erste Scherzone fördert und (b) die homogenisierte Cellulose nach Zugabe von soviel wasserhaltigem N-Methylmorpholin-N-oxid, daß sich nach der Mischung eine Suspension mit einem N-Methylmorpholin-N-oxid-Gehalt in der flüssigen Phase in dem Bereich von 70 bis 80 Masse-% ergibt, durch eine zweite Scherzone fördert, wobei die Cellulose bzw. die Suspension den verfügbaren Förderquerschnitt in den Scherzonen im wesentlichen vollständig ausfüllt.

Erfindungsgemäß wird zunächst die eingesetzte Cellulose in der Stufe (a) in bezug auf ihre Teilchengröße und/oder ihren Wassergehalt homogenisiert, d.h. lokale und zeitliche Schwankungen dieser beiden Größen verschwinden mit dem Ergebnis, daß Schwankungen der Cellulosekonzentration der in der folgenden Stufe gebildeten Lösung und eine zum Teil unvollständige Lösung der Cellulose vermieden werden. Das in der Stufe (b) zugegebene NMMO wird nach Menge und Wassergehalt so auf die Menge und den evtl. Wassergehalt der eingesetzten Cellulose abgestimmt, daß der NMMO-Gehalt in der flüssigen Phase der gebildeten Suspension in dem oben genannten Zielbereich von 70 bis 80 Masse-% liegt. Wenn beispielsweise in die Stufe (a) eine trockene Cellulose eingesetzt wird, kann die in Stufe (b) eingesetzte NMMO-Lösung eine Konzentration in dem genannten Bereich haben. Wenn in Stufe (a) eine wasserhaltige Cellulose eingesetzt wird, ist in Stufe (b) je nach der Cellulosekonzentration der herzustellenden Lösung eine konzentriertere NMMO-Lösung einzubringen. Mit Hilfe eines Cellulose/NMMO/H<sub>2</sub>O-Dreiecksdiagramms lassen sich die zu wählenden Mengen und Konzentrationen der wasserhaltigen Cellulose und der NMMO-Lösung leicht ermitteln. Die Suspension kann unmittelbar der Stufe der Bildung einer homogenen Celluloselösung zugeführt werden. Dabei können zur Lösung unterschiedliche Verfahrensvarianten zur Anwendung kommen. Ein geeignetes Verfahren ist in DE 44 41 468 beschrieben. Anders als bei dem eingangs genannten Verfahren, bei dem die Suspension in Form einer Ringschicht gefördert wird, wird bei dem erfindungsgemäßen Verfahren der gesamte für die Förderung verfügbare freie Querschnitt ausgenutzt, so daß je Zeiteinheit und Querschnittsflächeneinheit des Apparats ein maximales Suspensionsvolumen durchgesetzt werden kann. Außerdem sind bei dem vorliegenden Verfahren die hohen Wellendrehzahlen des Ringschichtverfahrens nicht erforderlich. Unter der vollständigen Ausfüllung im Sinne der Erfindung ist zu verstehen, daß anders als bei dem eingangs genannten Ringschichtverfahren eine durchgängige Dampf oder Gasphase im Bereich zwischen Eingang der Cellulose und Ausgang der gebildeten Suspension nicht vorhanden ist. Einzelne Luft- oder Dampfblasen können in der geförderten Masse gleichwohl vorhanden sein. Die bei dem erfindungsgemäßen Verfahren

erreichte gleichmäßigere Verteilung in der schließlich erhaltenen Cellulosesuspension begünstigt die restlose Auflösung der Cellulosepartikelchen in der Lösestufe.

Nach der bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens erfolgt die Scherung und Förderung in den beiden Scherzonen durch mehrere in Förderrichtung angeordnete, mit Scher- und Förderelementen bestückte Wellen. Die Ausbildung der Scher- und Förderelemente ist in beiden Zonen gleich. Der Übergang von der ersten in die zweite Scherzone wird nur durch die Zugabestelle der NMMO-Lösung bestimmt und kann durch Versetzen dieser Stelle in axialer Richtung verschoben werden. Im allgemeinen ist die erste Scherzone kürzer als die zweite Scherzone. Beispielsweise kann das Verhältnis ihrer Längen 1:2 betragen. Die Scherung kann durch unterschiedliche Drehzahlen der Wellen erreicht werden. Es hat sich gezeigt, daß durch die Homogenisierung in Abwesenheit des NMMO eine Verbesserung der Celluloseauflösung in der Lösestufe erzielt wird. Im allgemeinen sieht man für die Scherung und Förderung zwei bis sieben Wellen mit den entsprechenden Scher- und Förderelementen vor.

Bei einer Ausführungsform des Verfahrens setzt man in der Stufe (a) eine Cellulose mit einem Wassergehalt in dem Bereich von 20 bis 80 Masse-% ein. Diese beim Einsatz insbesondere im Wassergehalt schwankende Cellulose wird durch die Stufe (a) bezüglich des Wassergehalts vergleichmäßig. Da der NMMO-Gehalt der erzeugten Suspension in dem angegebenen Zielbereich liegen soll, erfordert der Wassergehalt der Cellulose entsprechend gegenläufige Anpassung des Wassergehalts der NMMO-Lösung. Da in die Stufe (b) häufig eine aus verbrauchtem Fällbad aufbereitete Regeneratlösung eingesetzt wird, kann die Fällbadregenerierung auf die Bildung eines NMMO-Konzentrats der benötigten Konzentration abzielen. Durch die Scherung in den Stufen (a) und (b) wird auch eine Zerkleinerung und Homogenisierung der Cellulosepartikelchen erreicht, die bei dem bekannten Ringschichtmischer nicht möglich ist.

Bei einer anderen Ausführungsform setzt man in der Stufe (a)

eine im wesentlichen trockene Cellulose ein. Auch in diesem Falle erfolgt in der Stufe (a) eine Homogenisierung durch eine Vergleichmäßigung der Teilchengrößen. Dieser Vorgang setzt sich in der anschließenden Stufe (b) fort. Der Einsatz trockener Cellulose ist auch in Kombination mit wasserhaltiger Cellulose angezeigt, wenn der Wassergehalt der letzteren so hoch liegt, wie z.B. 60 bis 80%, daß in Stufe (b) durch die Zugabe von NMMO-Monohydrat der Zielbereich des NMMO-Gehalts in der flüssigen Phase der Suspension nicht zu erreichen ist. Wegen der mit der Scherung verbundenen Zerkleinerung entfällt eine vorherige Mahlung bzw. Zerkleinerung der Cellulose.

Nach der bevorzugten Ausführungsform setzt man in der Stufe (b) ein wasserhaltiges NMMO mit einem Molverhältnis  $\text{NMMO}/\text{H}_2\text{O}$  in dem Bereich zwischen 1:1 und 1:2,2 ein. Das konzentrierteste NMMO, das im allgemeinen zum Einsatz kommt, nämlich NMMO-MH, wird bei wasserhaltigen Cellulosen zur Anwendung kommen, die vor der erfindungsgemäßen Suspendierung beispielsweise mit Wasser aufgeschlagen und/oder enzymatisch oder thermisch vorbehandelt wurden. Neben der Vergleichmäßigung der Teilchengröße wie bei Einsatz trockener Cellulose wird zusätzlich auch eine Vergleichmäßigung des Wassergehalts erreicht, wodurch die folgende Mischung mit dem Aminoxid begünstigt wird.

Zweckmäßigerweise führt man die Stufen (a) und (b) bei einer Temperatur in dem Bereich von 75 bis 100°C durch. Bei diesen Temperaturen sind der Celluloseabbau und die Zersetzung des Aminoxids gering; andererseits wird die Homogenisierung und gleichmäßige Durchmischung der feuchten Cellulose mit dem NMMO-Konzentrat durch die genannte erhöhte Temperatur begünstigt. Die temperierte Suspension kann ohne wesentliche Temperaturänderung in einer anschließenden Stufe durch Wasserverdampfung unter Vakuum zur Lösung gebracht werden.

Nach der bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens führt man die beiden Stufen (a) und (b) in kontinuier-

lichem Durchlauf durch und zieht die Suspension am Ende der Stufe (b) kontinuierlich ab und leitet sie in eine Lösestufe ein. Die am Eingang eingegebene, ggfs. wasserhaltige Cellulose wird unter Scherung kontinuierlich durch den Apparat transportiert, wobei nach einer die erste Stufe (a) darstellenden Förderstrecke das wässrige NMMO zugesetzt wird, wobei die sich dann anschließende Förderstrecke die Stufe (b) bildet. Da das erfindungsgemäße Verfahren kontinuierlich abläuft, kann die gebildete Suspension in die kontinuierliche Lösestufe eingeleitet werden, ohne daß ein zwischengelagerter Pufferbehälter nötig ist. Im allgemeinen arbeitet man in den Stufen (a) und (b) mit einer gesamten Verweilzeit in dem Bereich von 5 bis 60 min. Der bevorzugte Verweilzeitbereich liegt bei etwa 20 bis 30 min.

Man kann dem geförderten Material Zusatzstoffe, wie z.B. Stabilisatoren zugeben. Diese Zusatzstoffe werden im Zuge der Homogenisierung, Mischung und Lösung ebenfalls gleichmäßig in der Suspension bzw. Spinnlösung verteilt.

Die Erfindung wird nun an Hand der Zeichnung und durch die Beispiele näher erläutert.

Die Figur zeigt schematisch eine Anlage zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens mit einem angeschlossenen Apparat zur Lösungsbildung. Der erste Doppelwellenapparat 1 wird über einen Trichter 2 mit auf einen Feuchtigkeitsgehalt von 50 Masse-% abgepresster Cellulose aus einer enzymatischen Vorbehandlungsanlage beschickt. In dem Apparat 1 sind mehrere Wellen mit Scher- und Förder-elementen angeordnet, von denen zwei Wellen 3,4 in der Zeichnung dargestellt sind. In einer ersten Scherzone, die etwa über das erste Drittel der Gesamtlänge beider Zonen reicht, sind die Wellen für die Scherung der aufgegebenen Cellulose eingerichtet. Nach etwa 1/3 der Apparatelänge befindet sich an dem Zylindergehäuse eine Aufgabeöffnung 5 für das wasserhaltige NMMO. Luft mit etwas Wasserdampf wird durch die Leitungen 6 abgezogen. Der Apparat ist am Ab-



strömende durch ein Rohr 7 mit einem Mehrwellenlöser 8 verbunden, der als Lösestation dient. Die Suspension wird durch die Aufbauten der Wellen unter Scherung und Auflösung der Cellulose zum Auslaßstutzen 9 transportiert. Der Löser 8 wird durch den Stutzen 10 unter Unterdruck gehalten, wodurch Wasser aus der Suspension verdampft und aus dem Löser 8 abgezogen wird. Beide Apparate 1 und 8 sind mit einem Heizmantel (nicht dargestellt) versehen, so daß die gewünschte Misch- bzw. Lösungstemperatur eingehalten werden kann.

#### Beispiel 1

In einem Pulper werden 10 kg atro eines Fichtensulfitzellstoffs (Cuoxam DP 465;  $\alpha$ -Cellulosegehalt > 95%) mit Weichwasser im Flottenverhältnis von 1:20 aufgeschlagen und homogenisiert. Mit Hilfe einer Dickstoffpumpe wird die Suspension in eine Stoffbütte gepumpt, auf eine Stoffdichte von 10 g/l verdünnt und bei einer Temperatur von 50°C mit 0,1 Masse-% Enzym, bezogen auf Cellulose versetzt. Nach einer Behandlungsdauer von 2 Stunden wird die Cellulose auf einer Naßvliesanlage abgepreßt, wobei man ein Zellstoffvlies mit einem Feststoffgehalt von 50% erhält. Einem Zweizonen-Doppelwellenapparat werden über einen Eingabeschacht 158 g/min des Zellstoffvlieses kontinuierlich zugeführt. In der ersten Zone des Doppelwellenapparats wird das Cellulose/Wasser-Gemisch bei 90°C homogenisiert. Über eine beheizte Zulaufleitung werden dem homogenisierten Gemisch in einer zweiten Zone des Doppelwellenapparats 537 g/min N-Methylmorpholin-N-oxid-Monohydrat zugegeben. In der folgenden Scherzone wird die Cellulose/Wasser-Suspension mit dem NMMO-MH gleichmäßig vermischt. Es entsteht eine Maische mit einem Gehalt von 81,6 % NMMO-MH. Diese Maische wird in einer folgenden Verdampfungsstufe in eine Spinnlösung mit 13,6 % Cellulose überführt.

Die Qualitätsbeurteilung der Spinnlösung erfolgt durch ein Mikroskop (Fa. Hund H500 WZ) mit Auswertungseinheit (Videokamera und Printer der Fa. JVC). Die Anzahl der ungelösten Cellulosepartikelchen der Spinnlösungsprobe wird je 1 cm<sup>2</sup> angegeben. Es gilt folgende Qualitätseinstufung:

Anzahl der ungelösten Cell.-Teilchen/cm <sup>2</sup>	Benotung
0 bis 5	1
6 bis 10	2
11 bis 15	3
> 15	nicht verspinnbar

Die Spinnlösung dieses Beispiels enthielt 5 ungelöste Teilchen/cm<sup>2</sup>. Die Lösung war trotzdem nach Filtration zur Herstellung von Fasern, Filamenten und Folien nach dem Trocken-Naßspinnverfahren geeignet.

#### Beispiel 2

Es wurde eine Spinnlösung analog dem Beispiel 1 hergestellt. Dabei wurde jedoch die Maische vor dem Eintritt in die Verdampfungsstufe zehnmal durch einen Homogenisator gedrückt.

Bei der Qualitätsbeurteilung der Spinnlösung unter dem Mikroskop konnte eine optisch reine Lösung ohne Cellulosepartikel festgestellt werden (0 ungelöste Cell.-Teilchen/cm<sup>2</sup>).

#### Beispiel 3

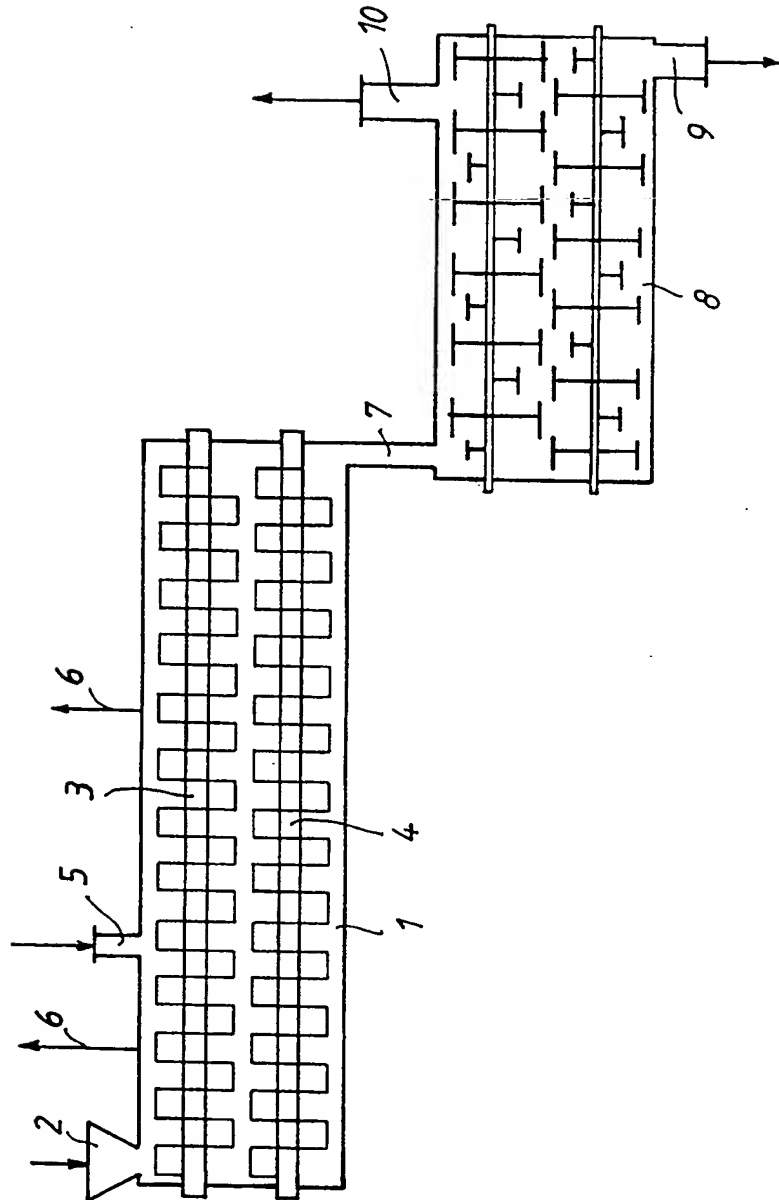
1,5 kg Fichtensulfi zellstoff (Cuoxam DP 780;  $\alpha$ -Cellulosegehalt = 91 Masse-%) und 7,5 kg Wasser wurden im Autoklaven drei Stunden auf 129 °C erhitzt. Anschließend wurde die Cellulose von dem Wasser durch Zentrifugieren getrennt, wobei eine Zellstoffmasse mit einem Feststoffgehalt von 70 % anfiel. 158 g/min dieser Masse wurden in die in Beispiel 1 benutzte Anlage eingeführt, wobei jedoch der zweiten Zone 800 g/min NMMO-MH zugegeben wurden. Man erhielt eine Maische mit einem Gehalt von 83,5 % NMMO-MH und in der nachfolgenden Verdampfungsstufe eine Spinnlösung mit einem Cellulosegehalt von 12,1 Masse-%.

Bei der Qualitätsbeurteilung der Lösung unter dem Mikroskop wurden nur 3 ungelöste Cellulosepartikel/cm<sup>2</sup> festgestellt.

## Patentansprüche

1. Verfahren zur kontinuierlichen Herstellung einer Suspension von Cellulose in wasserhaltigem N-Methylmorpholin-N-oxid, dadurch gekennzeichnet, daß man
  - (a) die Cellulose in Abwesenheit von N-Methylmorpholin-N-oxid unter Homogenisierung durch eine erste Scherzone fördert und
  - (b) die homogenisierte Cellulose nach Zugabe von soviel wasserhaltigem N-Methylmorpholin-N-oxid, daß sich nach der Mischung eine Suspension mit einem N-Methylmorpholin-N-oxid-Gehalt in der flüssigen Phase in dem Bereich von 70 bis 80 Masse-% ergibt, durch eine zweite Scherzone fördert, wobei  
die Cellulose bzw. die Suspension den verfügbaren Förderquerschnitt in den Scherzonen im wesentlichen vollständig ausfüllt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Scherung und Förderung in den beiden Scherzonen durch mehrere in Förderrichtung angeordnete, mit Scher- und Förderelementen bestückte Wellen erfolgt.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß man für die Scherung und Förderung zwei bis acht Wellen vorsieht.
4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man in der Stufe (a) eine Cellulose mit einem Wassergehalt in dem Bereich von 20 bis 80 Masse-% einsetzt.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß man in der Stufe (a) eine im wesentlichen trockene Cellulose einsetzt.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß man in der Stufe (b) ein wasserhaltiges NMMO mit einem Molverhältnis NMMO/H<sub>2</sub>O in dem Bereich von 1:1 bis 1:2,2 einsetzt.

7. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß man die Cellulose vor dem Einsetzen in die Stufe (a) mit Wasser aufschlägt und/oder enzymatisch oder hydrothermisch vorbehandelt.
8. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man die Stufen (a) und (b) mit einer Temperatur in dem Bereich von 75 bis 100°C durchführt.
9. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß man die beiden Stufen (a) und (b) in kontinuierlichem Durchlauf durchführt und die Suspension aus Stufe (b) kontinuierlich abzieht und in eine Lösestufe einleitet.
10. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß man in den Stufen (a) und (b) mit einer gesamten Verweilzeit in dem Bereich von 5 bis 60 min arbeitet.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß man dem geförderten Material Zusatzstoffe zugibt.



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/DE 99/02583

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C08B1/00

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C08L C08B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 95 11261 A (LENZING AKTIENGESELLSCHAFT) 27 April 1995 (1995-04-27) page 4, paragraph 4 -page 5, paragraph 4 ----	1-11
Y	EP 0 356 419 A (LENZING AKTIENGESELLSCHAFT) 28 February 1990 (1990-02-28) page 2, line 28 - line 35 ----	1-11
Y	DD 226 573 A (VEB CHEMIEFASERKOMBINAT SCHWARZA "WILHELM PIECK".) 28 August 1985 (1985-08-28) page 3, paragraph 2 ----	1-11
A	WO 97 47790 A (KOREA INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY) 18 December 1997 (1997-12-18) -----	

☐ Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

20 January 2000

Date of mailing of the international search report

04/02/2000

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Lensen, H

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/DE 99/02583

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9511261 A	27-04-1995	AT 400581 B	25-01-1996
		AT 210493 A	15-06-1995
		AT 173741 T	15-12-1998
		AU 685241 B	15-01-1998
		AU 1807995 A	08-05-1995
		BG 99709 A	29-02-1996
		CN 1115984 A,B	31-01-1996
		CZ 9501413 A	18-10-1995
		DE 4497844 D	23-11-1995
		DE 59407342 D	07-01-1999
		EP 0674662 A	04-10-1995
		FI 952959 A	15-06-1995
		GB 2288806 A,B	01-11-1995
		HR 940679 A	31-10-1996
		JP 8506379 T	09-07-1996
		LV 11039 A	20-02-1996
		LV 11039 B	20-06-1996
		NO 952422 A	16-06-1995
		PL 309344 A	02-10-1995
		RO 113351 A	30-06-1998
		SK 75795 A	08-11-1995
		TR 27857 A	15-09-1995
		US 5626810 A	06-05-1997
		ZA 9407745 A	17-05-1995
EP 356419 A	28-02-1990	AT 392972 B	25-07-1991
		AT 203688 A	15-12-1990
		AT 83493 T	15-01-1993
		BG 50165 A	15-05-1992
		CA 1334322 A	14-02-1995
		CN 1042165 A,B	16-05-1990
		CS 8904816 A	16-07-1991
		DD 284034 A	31-10-1990
		DK 402489 A	17-02-1990
		FI 893635 A,B,	17-02-1990
		GR 92300052 T	31-08-1992
		GR 3006868 T	30-06-1993
		HK 153095 A	29-09-1995
		HR 921350 A	31-12-1996
		JP 2127434 A	16-05-1990
		JP 2617133 B	04-06-1997
		JP 2895811 B	24-05-1999
		JP 9169853 A	30-06-1997
		KR 9606790 B	23-05-1996
		MD 166 B	28-02-1995
		NO 175264 B	13-06-1994
		PH 27495 A	23-07-1993
		PL 163715 B	29-04-1994
		PT 91452 A	08-03-1990
		RO 106262 A	31-03-1993
		SI 8911600 A	30-06-1997
		SU 1797630 A	23-02-1993
		TR 24284 A	29-07-1991
		US 5094690 A	10-03-1992
		US 5330567 A	19-07-1994
		YU 160089 A	30-04-1991
DD 226573 A	28-08-1985	NONE	

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Publication No

PCT/DE 99/02583

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
WO 9747790 A	18-12-1997	EP 0906455 A	07-04-1999



# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationale. .ktenzeichen

PCT/DE 99/02583

A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES  
IPK 7 C08B1/00

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)  
IPK 7 C08L C08B

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
Y	WO 95 11261 A (LENZING AKTIENGESELLSCHAFT) 27. April 1995 (1995-04-27) Seite 4, Absatz 4 -Seite 5, Absatz 4 ---	1-11
Y	EP 0 356 419 A (LENZING AKTIENGESELLSCHAFT) 28. Februar 1990 (1990-02-28) Seite 2, Zeile 28 - Zeile 35 ---	1-11
Y	DD 226 573 A (VEB CHEMIEFASERKOMBINAT SCHWARZA "WILHELM PIECK".) 28. August 1985 (1985-08-28) Seite 3, Absatz 2 ---	1-11
A	WO 97 47790 A (KOREA INSTITUTE OF SCIENCE AND TECHNOLOGY) 18. Dezember 1997 (1997-12-18) -----	

☐ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

"A" Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

"E" älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

"O" Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

"P" Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

"X" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden

"Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

"&" Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

20. Januar 2000

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

04/02/2000

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde  
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Lensen, H

# INTERNATIONALER RESEARCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales Anzeichen

PCT/DE 99/02583

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 9511261 A	27-04-1995	AT 400581 B	25-01-1996
		AT 210493 A	15-06-1995
		AT 173741 T	15-12-1998
		AU 685241 B	15-01-1998
		AU 1807995 A	08-05-1995
		BG 99709 A	29-02-1996
		CN 1115984 A,B	31-01-1996
		CZ 9501413 A	18-10-1995
		DE 4497844 D	23-11-1995
		DE 59407342 D	07-01-1999
		EP 0674662 A	04-10-1995
		FI 952959 A	15-06-1995
		GB 2288806 A,B	01-11-1995
		HR 940679 A	31-10-1996
		JP 8506379 T	09-07-1996
		LV 11039 A	20-02-1996
		LV 11039 B	20-06-1996
		NO 952422 A	16-06-1995
		PL 309344 A	02-10-1995
		RO 113351 A	30-06-1998
		SK 75795 A	08-11-1995
		TR 27857 A	15-09-1995
		US 5626810 A	06-05-1997
		ZA 9407745 A	17-05-1995
EP 356419 A	28-02-1990	AT 392972 B	25-07-1991
		AT 203688 A	15-12-1990
		AT 83493 T	15-01-1993
		BG 50165 A	15-05-1992
		CA 1334322 A	14-02-1995
		CN 1042165 A,B	16-05-1990
		CS 8904816 A	16-07-1991
		DD 284034 A	31-10-1990
		DK 402489 A	17-02-1990
		FI 893635 A,B,	17-02-1990
		GR 92300052 T	31-08-1992
		GR 3006868 T	30-06-1993
		HK 153095 A	29-09-1995
		HR 921350 A	31-12-1996
		JP 2127434 A	16-05-1990
		JP 2617133 B	04-06-1997
		JP 2895811 B	24-05-1999
		JP 9169853 A	30-06-1997
		KR 9606790 B	23-05-1996
		MD 166 B	28-02-1995
		NO 175264 B	13-06-1994
		PH 27495 A	23-07-1993
		PL 163715 B	29-04-1994
		PT 91452 A	08-03-1990
		RO 106262 A	31-03-1993
		SI 8911600 A	30-06-1997
		SU 1797630 A	23-02-1993
		TR 24284 A	29-07-1991
		US 5094690 A	10-03-1992
		US 5330567 A	19-07-1994
		YU 160089 A	30-04-1991
DD 226573 A	28-08-1985	KEINE	

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

Internationales .enzeichen

PCT/DE 99/02583

Formblatt PCT/SA/210 (Anhang Patentfamilie)(Juli 1992)

